SNI 19-2483-1991

Standar Nasional Indonesia

Metode pengujian kadar ortofosfat dan fosfat dalam air Dengan alat spektofotometer secara asam askorbat

ICS 13.060.50

Badan Standardisasi Nasional

DAFTAR ISI

I. DESKRIPSI

1.1 Maksud dan Tujuan

1.1.1 Maksud

Metode pengujian ini dimaksudkan sebagai pegangan dalam pelaksanaan pengujian kadar orto-fosfat terlarut dan fosfat total, PO_4 dalam air.

1.1.2 Tujuan

Tujuan metode pengujian ini untuk memperoleh kadar ortofosfat dan fosfat total dalam air.

1.2 Ruang Lingkup

Lingkup pengujian meliputi:

1) cara pengujian kadar ortofosfat terlarut dan fosfat total yang terdapat dalam air antara 0,01-1,0 mg/L P;
2) penggunaan metode asam askorbat dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 880 nm.

1.3 Pengertian

Beberapa pengertian yang berkaitan dengan metode pengujian ini:

1) ortofosfat terlarut adalah salah satu bentuk senyawa fosfat yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm;
2) fosfat total adalah jumlah fosfat yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah mengalami proses peleburan oleh campuran asam kuat;
3) kurva kalibrasi adalah grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan serapan-masuk yang biasanya merupakan garis lurus;
4) larutan induk adalah larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah;
5) larutan baku adalah larutan yang mengandung kadar yang sudah diketahui secara pasti dan langsung digunakan sebagai pembanding dalam pengujian.

II. CARA PELAKSANAAN

2.1 Peralatan dan Bahan Penunjang Uji

2.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas:

1) spektrofotometer sinar tunggal atau sinar ganda yang mempunyai kisaran panjang gelombang antara 190-900 nm dan lebar celah 0,2-2 nm serta telah dikalibrasi pada saat digunakan;
2) pemanas listrik dengan kapasitas pemanasan 300^0 C dan dilengkapi dengan pengatur suhu;
3) labu ukur 100 dan 1000 mL;
4) gelas piala 100 mL;
5) gelas ukur 100 mL;
6) pipet ukur 10 mL;
7) pipet seukuran 1, 5, 10 dan 25 mL;
8) labu mikro Kjeldahl 250 mL.

2.1.2 Bahan Penunjang Uji

Bahan kimia yang berkualitas p.a dan bahan lainnya yang digunakan dalam pengujian ini terdiri atas:

1) kristal kalium dihidrogen fosfat bebas air KH_2PO_4;
2) larutan indikator fenolftalin, 0,5%;
3) larutan natrium hidroksida, NaOH, 1N;
4) asam sulfat, H_2SO_4, pekat;
5) larutan asam sulfat, H_2SO_4, 5N;
6) larutan kalium antimonil tartrat, $K(SbO)C_4H_4O$;
7) larutan amonium molibdat, $(NH_4)_6Mo_7O_{24}$, $\pm$ 0,03M;
8) larutan asam askorbat, 0,01M;
9) larutan campuran;
10) asam nitrat, HNO_3, pekat;
11) air suling atau air demineralisasi yang mempunyai DHL 0,5-2 μmhos/cm.

2.2 Persiapan Benda Uji

2.2.1 Pengujian Ortofosfat Terlarut

Lakukan dengan tahapan sebagai berikut:

1) sediakan contoh uji yang telah diambil sesuai dengan Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air, SK SNI M-02-1989-F;
2) ukur contoh uji 50 mL secara duplo dan masukkan ke dalam gelas ukur 100 mL;
3) benda uji siap diuji.

2.2.2 Pengujian Fosfat Total

Lakukan proses peleburan dengan tahapan sebagai berikut:

1) sediakan contoh uji yang telah diambil sesuai dengan Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air, SK SNI M-02-1989-F;
2) kocok contoh uji hingga serba sama dan ukur 100 mL secara duplo, masukkan ke dalam labu mikro Kjeldahl, tambahkan 5 butir batu didih;
3) tambahkan 1 mL H_2SO_4 pekat dan 5 mL HNO_3 pekat;
4) panaskan campuran tersebut diatas pemanas listrik sampai volume menjadi 1 mL, teruskan pemanasan hingga larutan tidak berwarna;
5) dinginkan dan tambahkan 20 mL air suling;
6) tambahkan 1 tetes (0,05 mL) larutan indikator fenolftalin, netralkan larutan tersebut dengan menambahkan tetes demi tetes larutan NaOH 1N hingga tampak warna merah muda;
7) jika larutan tersebut keruh, lakukan penyaringan dan bilas labu mikro Kjeldahl dengan air suling;
8) pindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 100 mL dan tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera;
9) ukur 50 mL larutan tersebut dan masukkan ke dalam gelas piala 100 mL;
10) benda uji siap diuji.

2.3 Persiapan Pengujian

2.3.1 Pembuatan Larutan Induk Fosfat, PO_4

Buat larutan induk fosfat 500 mg/L PO_4^{3-}-P dengan tahapan sebagai berikut:

1) larutkan 2,195 g kalium dihidrogen fosfat bebas air, KH_2PO_4 dengan 100 mL air suling di dalam labu ukur 1000 mL;
2) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera.

2.3.2 Pembuatan Larutan Baku Fosfat, PO_4

Buat larutan baku fosfat dengan tahapan sebagai berikut:

1) pipet 2 mL larutan induk fosfat dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
2) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera, larutan ini mengandung 10 mg/L PO_4^{3-}-P;
3) pipet 5, 10, 20 dan 25 mL larutan fosfat yang mengandung 10 mg/L PO_4^{3-}-P dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 250 mL;
4) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera, sehingga diperoleh kadar fosfat 0,2; 0,4; 0,8 dan 1 mg/L PO_4^{3-}-P.

2.3.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Buat kurva kalibrasi dengan tahapan sebagai berikut:

1) optimalkan alat spektrofotometer sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengujian kadar fosfat;
2) pipet 50,0 mL larutan baku yang telah diketahui kadarnya secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 100 mL;
3) tambahkan 8 mL larutan campuran dan aduk;
4) masukkan ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat serapan-masuknya pada panjang gelombang 880 nm dalam kisaran waktu antara 10-30 menit;
5) apabila hasil pengukuran secara duplo lebih besar dari 3% periksa keadaan alat dan ulangi pekerjaan mulai langkah 1) sampai 4), apabila perbedaan serapan-masuk lebih kecil atau sama dengan 3%, rata-ratakan hasilnya;
6) buat kurva kalibrasi dari data 5) diatas atau tentukan persamaan garis lurusnya.

2.4 Cara Uji

2.4.1 Uji Ortofosfat

Lakukan pengujian dengan tahapan sebagai berikut:

1) tambahkan 1 tetes indikator fenolftalin ke dalam benda uji, jika timbul warna merah, teteskan H_2SO_4 5N tetes demi tetes sampai warnanya hilang;

2) tambahkan 8 mL larutan campuran dan aduk;
3) masukkan ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat serapan-masuknya pada panjang gelombang 880 nm dalam kisaran waktu antara 10-30 menit;
4) apabila hasil pengukuran secara duplo lebih besar dari 3% periksa alat dan ulangi pekerjaan mulai langkah 1) sampai 4), apabila perbedaan serapan-masuk lebih kecil atau sama dengan 3%, rata-ratakan hasilnya;
5) apabila benda uji berwarna atau keruh, lakukan pengujian seperti langkah 1) sampai 4) dengan penambahan larutan campuran tanpa larutan asam askorbat dan kalium antimonil tartrat, gunakan sebagai koreksi.

2.4.2 Uji Fosfat Total

Lakukan pengujian fosfat total seperti pada pengujian ortofosfat.

2.5 Perhitungan

Hitung kadar fosfat di dalam benda uji dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis lurus dan perhatikan hal-hal sebagai berikut:

1) selisih kadar maksimum yang diperbolehkan antara dua pengukuran duplo adalah 3%, rata-ratakan hasilnya;
2) bila hasil perhitungan kadar ortofosfat atau fosfat total lebih besar dari 1 mg/L, maka ulangi pengujian dengan cara mengencerkan benda uji;
3) untuk benda uji yang berwarna, kadar fosfat dapat dihitung sebagai berikut:
   (1) hitung serapan-masuknya dengan rumus:
   serapan-masuk = A - B
   dengan penjelasan:
   A = serapan masuk benda uji yang ditambahkan larutan campuran;
   B = serapan-masuk benda uji yang ditambahkan larutan campuran yang tidak mengandung larutan asam askorbat dan kalium antimonil tartrat;
   (2) kadar ortofosfat dapat dihitung dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis lurus.

2.6 Laporan

Catat pada formulir kerja hal-hal sebagai berikut:

1) parameter yang diperiksa;
2) nama pemeriksa;
3) tanggal pemeriksaan;
4) nomor laboratorium;
5) data kurva kalibrasi;
6) nomor contoh uji;
7) lokasi pengambilan contoh uji;
8) waktu pengambilan contoh uji;
9) pembacaan serapan-masuk pertama dan kedua;
10) kadar ortofosfat dalam benda uji.